

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-139563

(43)Date of publication of application : 22.05.2001

(51)Int.Cl. C07D253/08

(21)Application number : 11-324248

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 15.11.1999

(72)Inventor : JINBO YOSHIHIRO
TAKEUCHI YOSUKE

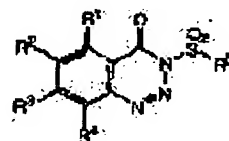
(54) METHOD OF PRODUCING 1,2,3-BENZOTRIAZIN-4(3H)-ONE DERIVATIVE

(57)Abstract:

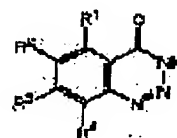
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of producing a 1,2,3-benzotriazin-4(3H)-one derivative having a sulfonyl group at the 3-position, capable of producing the derivative in a high yield.

SOLUTION: This method of producing the 1,2,3-benzotriazin-4(3H)-one derivative comprises reacting a compound expressed by the general formula (II) (R1, R2, R3 and R4 are each H, a halogen, an alkyl, an aryl or the like) with a compound expressed by the general formula (III) (R5 is an alkyl or an aryl; and X is a halogen) in the presence of a base in an organic solvent to form the 1,2,3-benzotriazin-4(3H)-one derivative expressed by the general formula (I), wherein a base which is slightly soluble in the organic solvent is used as the base, and the reaction is carried out in a solid-liquid two phase system.

一般式(II)



一般式(III)



一般式(I)

R5-SO2X

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-139563

(P2001-139563A)

(43) 公開日 平成13年 5月22日 (2001. 5. 22)

(51) Int.Cl.⁷

C 0 7 D 253/08

識別記号

F I

C 0 7 D 253/08

テマコード* (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-324248

(22) 出願日 平成11年11月15日 (1999. 11. 15)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 神保 良弘

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真
フイルム株式会社内

(72) 発明者 竹内 洋介

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真
フイルム株式会社内

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

(54) 【発明の名称】 1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4 (3H) オン誘導体の製造方法

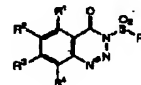
(57) 【要約】

【課題】 収率良く製造することが可能な、3位にスルホニル基を有する1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4 (3H) オン誘導体の製造方法を提供すること。

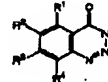
【解決手段】 一般式 (II) で表される化合物と一般式 (III) で表される化合物との反応を、有機溶媒中、有機溶媒に難溶な塩基の存在下、固-液二相系にて行なうことにより、一般式 (I) で表される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4 (3H) オン誘導体を生成させる。

【化1】

一般式 (I)



一般式 (II)



一般式 (III)



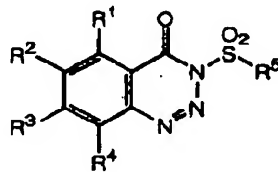
式中、R¹、R²、R³及びR⁴はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、-OR¹¹、-SR¹¹、-COOR¹¹、-CONR¹¹R¹²、-SO₂R¹¹、-SO₂NR¹¹R¹²、-COR¹¹、ニトロ基及びシアノ基の何れかを表し、R⁵はアルキル基又はアリール基を表し、Xはハロゲン原子を表す。R¹¹、R¹²はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、アリール基の何れかを表す。

【特許請求の範囲】

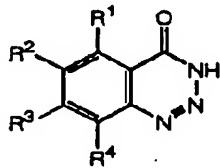
【請求項1】 下記一般式(II)で表される化合物と下記一般式(III)で表される化合物との反応を、有機溶媒中、有機溶媒に難溶な塩基の存在下、固-液二相系にて行なうことにより、下記一般式(I)で表される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体を生成させることを特徴とする1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法。

【化1】

一般式(I)



一般式(II)



一般式(III)



上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、 $-OR^{11}$ 、 $-SR^{11}$ 、 $-COOR^{11}$ 、 $-CONR^{11}$ 、 $-SO_2R^{11}$ 、 $-SO_2NR^{11}$ 、 $-COR^{11}$ 、ニトロ基およびシアノ基からなる群から選ばれるいずれかを表し、 R^5 はアルキル基あるいはアリール基を表し、 X はハロゲン原子を表す。 R^{11} 、 R^{12} はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、アリール基からなる群から選ばれるいずれかを表す。

【請求項2】 有機溶媒に難溶な塩基として、無機塩基を用いることを特徴とする請求項1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法。

【請求項3】 有機溶媒に難溶な塩基として、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、アルカリ土類金属炭酸塩、ホウ酸塩のいずれかを用いることを特徴とする請求項1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法。

【請求項4】 有機溶媒に難溶な塩基を、一般式(II)で表される化合物に対して0.8モル当量～5.0モル

当量用いることを特徴とする請求項1～請求項3のいずれか1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法。

【請求項5】 有機溶媒として、アミド系極性溶媒を用いることを特徴とする請求項1～請求項4のいずれか1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法。

【請求項6】 一般式(II)で表される化合物と一般式(III)で表される化合物との反応を、 $-5^{\circ}C \sim 70^{\circ}C$ の間の温度で行なうことを特徴とする請求項1～請求項5のいずれか1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体、さらに詳しくは3-スルホニル置換-1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体は、抗バクテリア、抗癌薬活性を有する化合物であり、従来、特開平9-286782号公報、特願平11-43173号公報、米国特許3316262号明細書、米国特許5424268号明細書に記載された方法等が、製造方法として提案されている。

【0003】しかしながらこれらの製造方法では、3位にスルホニル基を有する1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体を収率良く製造することができなかった。これは、上記製造方法では反応に塩基を用いており、生成物たる1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体が、前記反応時に用いられる塩基に弱く、生成物が一部分解するためであると考えられる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】したがって本発明は、上記従来技術の問題点を鑑みて為されたものであり、詳しくは、3位にスルホニル基を有する1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体を収率良く製造することが可能な1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法を提供することを目的とする。

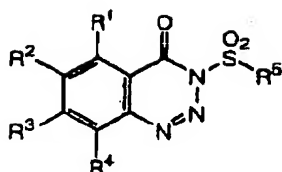
【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的は、以下の本発明により達成される。すなわち本発明は、<1> 下記一般式(II)で表される化合物と下記一般式(III)で表される化合物との反応を、有機溶媒中、有機溶媒に難溶な塩基の存在下、固-液二相系にて行なうことにより、下記一般式(I)で表される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体を生成させることを特徴とする1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法である。

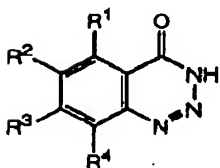
【0006】

【化2】

一般式(I)



一般式(II)



一般式(III)



【0007】上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、 $-OR^{11}$ 、 $-SR^{11}$ 、 $-COOR^{11}$ 、 $-CONR^{11}R^{12}$ 、 $-SO_2R^{11}$ 、 $-SO_2NR^{11}R^{12}$ 、 $-COR^{11}$ 、ニトロ基およびシアノ基からなる群から選ばれるいずれかを表し、 R^5 はアルキル基あるいはアリール基を表し、 X はハロゲン原子を表す。 R^{11} 、 R^{12} はそれぞれ独立に水素原子、アルキル基、アリール基からなる群から選ばれるいずれかを表す。

【0008】<2> 有機溶媒に難溶な塩基として、無機塩基を用いることを特徴とする<1>に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法である。

【0009】<3> 有機溶媒に難溶な塩基として、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、アルカリ土類金属炭酸塩、ホウ酸塩のいずれかを用いることを特徴とする<1>に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法である。

【0010】<4> 有機溶媒に難溶な塩基を、一般式(II)で表される化合物に対して0.8モル当量~5.0モル当量用いることを特徴とする<1>~<3>のいずれか1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法である。

【0011】<5> 有機溶媒として、アミド系極性溶媒を用いることを特徴とする<1>~<4>のいずれか1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法である。

【0012】<6> 一般式(II)で表される化合物と一般式(III)で表される化合物との反応を、 $-5^{\circ}C \sim 70^{\circ}C$ の間の温度で行なうことを特徴とする<1>~<5>のいずれか1に記載の1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の製造方法である。

【0013】本発明によれば、一般式(II)で表される化合物と一般式(III)で表される化合物との反応を有機溶媒中で行わせ、かつ、塩基として有機溶媒に難溶な塩基を用いることで、該塩基を反応系で固相として存在させることにより、塩基に弱く有機溶媒に可溶な、生成物たる1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体と、前記塩基と、を効率的に分離し、生成物が分解されるのを効果的に防止することができるため、生成物を収率良く得ることができる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

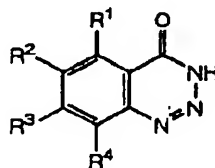
【一般式(II)で表される化合物と一般式(III)で表される化合物との反応】下記一般式(II)で表される化合物と下記一般式(III)で表される化合物との反応を、有機溶媒中、有機溶媒に難溶な塩基の存在下に行なうと、一般式(I)で表される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体が良好な収率で製造できる。以下、本発明に用いられる各材料、および反応条件について説明する。

【0015】a) 一般式(II)で表される化合物および一般式(III)で表される化合物
一般式(II)で表される化合物および一般式(III)で表される化合物は、以下に示す通りである。

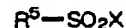
【0016】

【化3】

一般式(III)



一般式(III)



【0017】上記式中、 R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、 $-OR^{11}$ 、 $-SR^{11}$ 、 $-COOR^{11}$ 、 $-CONR^{11}R^{12}$ 、 $-SO_2R^{11}$ 、 $-SO_2NR^{11}R^{12}$ 、 $-COR^{11}$ 、ニトロ基およびシアノ基からなる群から選ばれるいずれかを表す。

【0018】 R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 で表されるハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨ

ウ素原子が好ましく、特に塩素原子、臭素原子が好ましい。

【0019】 R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 で表されるアルキル基は、置換基を有していても無置換でもよい。当該アルキル基としては、総炭素数1から30のアルキル基が好ましく、例えば、メチル、エチル、ノルマルプロピル、イソプロピル、ノルマルブチル、ターシャリーブチル、ノルマルヘキシル、ノルマルオクチル、2-エチルヘキシル、3, 5, 5-トリメチルヘキシル、ノルマルドデシル、シクロヘキシル、ベンジル、 α -メチルベンジル、アリル、2-クロロエチル、2-メトキシエチル、2-エトキシエチル、2-フェノキシエチル、2-(2, 5-ジターシャリアミルフェノキシ)エチル、2-ベンゾイルオキシエチル、メトキシカルボニルメチル、メトキシカルボニルエチル、ブトキシカルボニルエチル、2-イソプロピルオキシエチル、2-メタンスルホニルエチル、2-エトキシカルボニルメチル、1-(4-メトキシフェノキシ)-2-プロピル、トリクロロメチル、トリフルオロメチルが好ましい。

【0020】 R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 で表されるアリール基は、置換基を有していても無置換でもよい。当該アリール基としては、総炭素数6から30のアリール基が好ましく、例えば、フェニル、4-メチルフェニル、3-メチルフェニル、2-メチルフェニル、4-クロロフェニル、2-クロロフェニルが好ましい。

【0021】 R^5 で表されるアルキル基は、置換基を有していても無置換でもよい。当該アルキル基としては、具体的には、メチル、エチル、 n -プロピル、イソプロピル、ノルマルブチル、ターシャリーブチル、ノルマルヘキシル、ノルマルオクチル、2-エチルヘキシル、ドデシル、3, 5, 5-トリメチルヘキシル、ノルマルドデシル、シクロヘキシル、ベンジル、 α -メチルベンジル、アリル、2-メタンスルホニルエチル、2-イソプロピルオキシエチル、2-(2, 5-ジ- t -アミルフェノキシ)エチル、2-フェノキシエチル、1-(4-メトキシフェノキシ)-2-プロピルが好ましい。

【0022】 R^5 で表されるアリール基は、置換基を有していても無置換でもよい。当該アリール基としては、総炭素数6から30のアリール基が好ましく、例えば、フェニル、4-メチルフェニル、3-メチルフェニル、2-メチルフェニル、4-クロロフェニル、2-クロロフェニル、4-ドデシルフェニル、2- n -オクチルオキシ-5- t -オクチルフェニル、2-(n -ヘキシルオキシカルボニル)フェニル、2-(n -オクチルオキシカルボニル)フェニル、2-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)フェニル、2-(n -デシルオキシカルボニル)フェニル、3-(n -オクチルオキシカルボニル)フェニル、4-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)フェニル、2-(2-(4-メトキシフェノキシ)エトキシカルボニル)フェニル、2-(2-(4-

ブトキシフェノキシ)エトキシカルボニル)フェニルが好ましい。

【0023】 R^{11} 、 R^{12} は、それぞれ独立に水素原子、アルキル基、アリール基からなる群から選ばれるいずれかを表す。

【0024】 R^{11} 、 R^{12} で表されるアルキル基は、置換基を有していても無置換でもよい。当該アルキル基としては、具体的には、メチル、エチル、 n -プロピル、イソプロピル、 n -ヘキシル、 n -オクチル、2-エチルヘキシル、ドデシル、2-ベンゾイルオキシエチル、2-メタンスルホニルエチル、2-エトキシカルボニルメチル、2-イソプロピルオキシエチル、2-(2, 5-ジ- t -アミルフェノキシ)エチル、2-フェノキシエチル、1-(4-メトキシフェノキシ)-2-プロピル、ベンジル、 α -メチルベンジル、トリクロロメチル、トリフルオロメチルが好ましい。

【0025】 R^{11} 、 R^{12} で表されるアリール基は、置換基を有していても無置換でもよい。当該アリール基としては、具体的には、フェニル、4-メチルフェニル、2-クロロフェニル、4-クロロフェニルが好ましい。

【0026】 X で表されるハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、沃素原子が好ましく、塩素原子が特に好ましい。

【0027】反応の際、得率および経済上の観点から、一般式(II)で表される化合物と一般式(III)で表される化合物は0.5から2.0の比率(モル)で用いることが好ましい。

【0028】b)有機溶媒に難溶な塩基
本発明に用いられる「有機溶媒に難溶な塩基」における「塩基」とは、水中に放置したときに該水溶液のpHが7以上になる化合物を指す。また、「有機溶媒に難溶な塩基」としては、反応系に用いられる有機溶媒に対する溶解度が10%質量/体積以下のものが好ましく、5%質量/体積以下のものがより好ましい。

【0029】本発明における「有機溶媒に難溶な塩基」の使用量は、一般式(II)で表される化合物の0.8モル当量から5.0モル当量とすることが好ましい。特に好ましくは、一般式(II)で表される化合物の0.95モル当量から2.0モル当量とすることである。

【0030】本発明における「有機溶媒に難溶な塩基」としては、有機塩基、無機塩基ともに用いることができるが、無機塩基を用いることで副反応等の抑制を行なうことができる。したがって「有機溶媒に難溶な塩基」としては、無機塩基が好ましく、アルカリ金属水酸化物、アルカリ土類金属水酸化物、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、アルカリ土類金属炭酸塩、ホウ酸塩がより好ましく、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素塩、アルカリ土類金属炭酸塩、ホウ酸塩が特に好ましい。例えば炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カルシウム、炭酸水素カリウム、

ホウ酸ナトリウム（硼砂）が特に好ましい。

【0031】c) 有機溶媒

本発明における有機溶媒としては、通常の有機合成反応に使用できる有機溶媒を用いることができる。なかでも、塩化メチレン、アセトニトリル、プロピオニトリル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、酢酸エチル、あるいはアミド系極性有機溶媒を用いることが好ましく、アミド系有機溶媒が特に好ましく、具体的には、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、1, 3-ジメチルイミダゾリジノンが好ましい。

【0032】d) 反応条件

一般式(II)で表される化合物と一般式(III)で表される化合物との反応は、 -5°C ～ 70°C の間の温度で行なうことが好ましく、特に好ましくは -5°C ～ 50°C の範囲で行うことが好ましい。これにより1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体が良好な収率で製造できる。

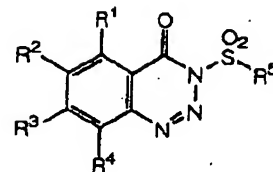
【0033】【生成物たる一般式(I)で表される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体】本発明により生成される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-

4(3H)オン誘導体は、下記一般式(I)で表されるものである。

【0034】

【化4】

一般式(I)



【0035】上記一般式(I)中、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、および R^5 は、全て前記一般式(II)および一般式(III)におけるものと同一であり、その好ましいものも同一である。

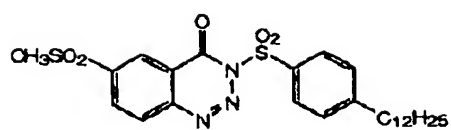
【0036】本発明により生成される1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4(3H)オン誘導体の具体例を以下に挙げるが、本発明は、これらの限定されるものではない。

【0037】

【化5】

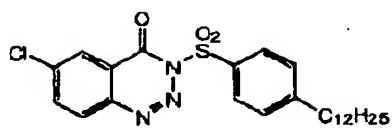
9

A-1

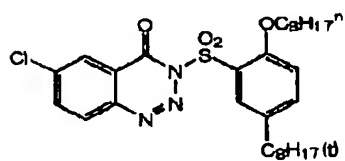


10

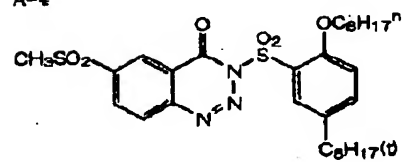
A-2



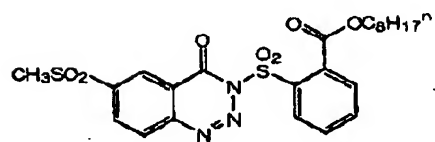
A-3



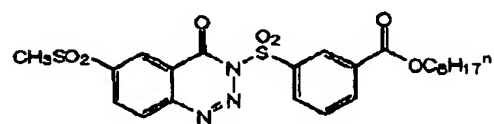
A-4



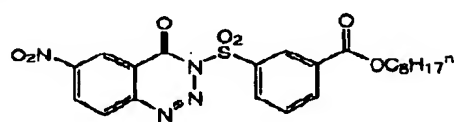
A-5



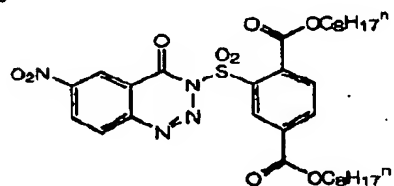
A-6



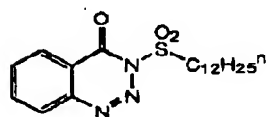
A-7



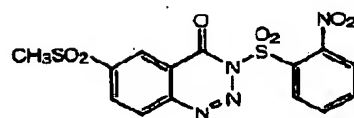
A-8



A-9



A-10



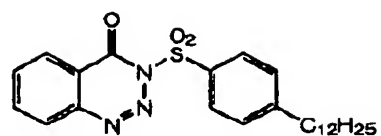
【0038】

【化6】

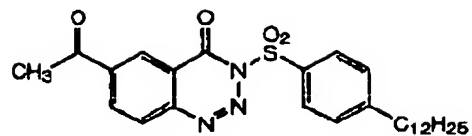
11

12

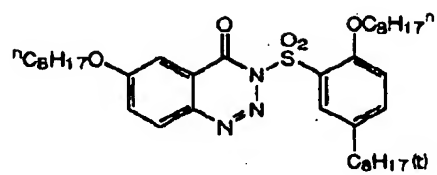
A-11



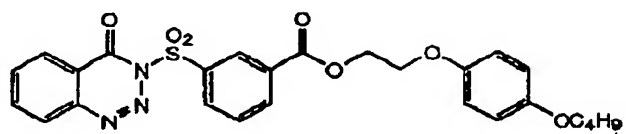
A-12



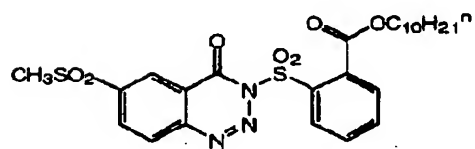
A-13



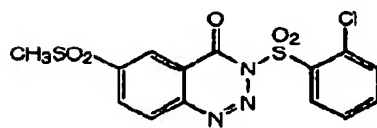
A-14



A-15



A-16

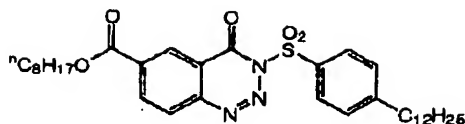


【0039】

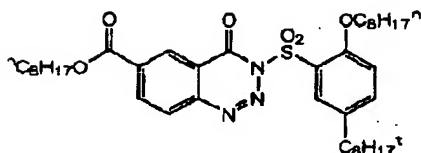
【化7】

13

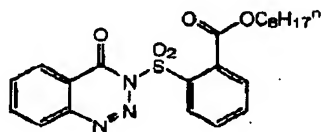
A-17



A-19

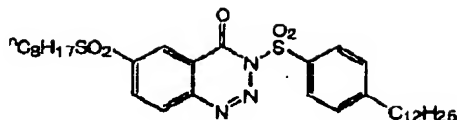


A-21

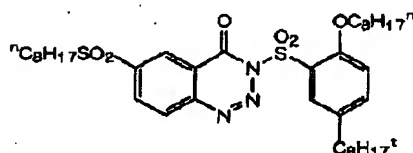


14

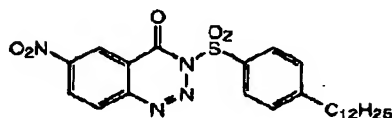
A-18



A-20



A-22



【0040】

【実施例】次の諸例は本発明をより詳細に説明するためのものであり、決して本発明の範囲を限定するものではない。実験は、水浴中で三口フラスコを用いてメカニカルスターラにより攪拌することで反応を行なった。化合物の所要量は質量部（g）によって示した。

【0041】【実施例1（例示化合物A-5の合成）】6-メチルスルホニル-1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4（3H）オン11.3gと、硼砂（Na₂B₄O₇・10H₂O）26.7gとを、N, N-ジメチルホルムアミド100mlに懸濁し、29℃で1時間攪拌した。その後、2-（n-オクチルオキシカルボニル）ベンゼン
スルホニルクロリド20.0gを滴下した。室温下にて1時間攪拌した後、氷水300gを添加し、さらに室温下にて1時間攪拌した。析出した結晶を濾集し、40℃で乾燥し、21.3gの目的物の粗結晶を得た。これを酢酸エチルに溶解し、不溶物を濾過した後、濾液を減圧濃縮し、残渣にメタノール/エタノール=1/1の混合物50mlを加えて結晶化させ、16.4gの目的物（前記例示化合物A-5）を得た。

【0042】収率52.4%（質量基準）。

¹H-NMR（CDCl₃）：8.84（s, 1H）, 8.60（m, 1H）, 8.30（dd, 1H）, 8.24（dd, 1H）, 7.80（m, 2H）, 7.70（m, 1H）, 4.36（t, 2H）, 3.14（s, 3H）, 1.80（tt, 2H）, 1.50-1.21（m, 10H）, 0.84（t, 3H）

24（dd, 1H）, 7.80（m, 2H）, 7.70（m, 1H）, 4.38（t, 2H）, 3.14（s, 3H）, 1.80（tt, 2H）, 1.50-1.21（m, 10H）, 0.84（t, 3H）

【0043】【実施例2（例示化合物A-15の合成）】6-メチルスルホニル-1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4（3H）オン11.3gと、硼砂（Na₂B₄O₇・10H₂O）26.7gとを、N, N-ジメチルホルムアミド100mlに懸濁し、31℃で1時間攪拌した。その後、2-（n-デシルオキシカルボニル）ベンゼン
スルホニルクロリド19.9gを滴下した。室温下にて1時間攪拌した後、氷水200gを添加し、さらに室温下にて1時間攪拌した。析出した結晶を濾集し、40℃で乾燥し、20.8gの目的物の粗結晶を得た。これを酢酸エチルに溶解し、不溶物を濾過した後、濾液を減圧濃縮し、残渣にメタノール100mlを加えて結晶化させ、16.5gの目的物（前記例示化合物A-15）を得た。

【0044】収率52.9%（質量基準）。

¹H-NMR（CDCl₃）：8.84（s, 1H）, 8.60（m, 1H）, 8.30（dd, 1H）, 8.24（dd, 1H）, 7.80（m, 2H）, 7.70（m, 1H）, 4.36（t, 2H）, 3.14（s, 3H）, 1.80（tt, 2H）, 1.50-1.21（m, 10H）, 0.84（t, 3H）

15

3H), 1.80 (tt, 2H), 1.50-1.21 (m, 14H), 0.84 (t, 3H)

【0045】〔比較例1 (例示化合物A-5の合成)〕
6-メチルスルホニル-1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4 (3H) オン11.3gと、トリエチルアミン6.1gとを、アセトニトリル50mlに懸濁し、氷水で冷却した。この液の中に、2-(n-オクチルオキシカルボニル)ベンゼンスルホニルクロリド20.0gを滴下した。室温下にて1時間攪拌した後、氷水300gを添加し、そのまま1時間攪拌した。その後反応液を酢酸エチルで抽出し、減圧濃縮した。得られた濃縮液をシリカゲルクロマトグラフにより精製した後、メタノール50mlを加えて結晶を析出させ、濾集し、7.9gの目的

16

物 (前記例示化合物A-5) を得た。

【0046】収率25.2% (質量基準)。

¹H-NMR (CDCl₃): 8.84 (s, 1H), 8.60 (m, 1H), 8.30 (dd, 1H), 8.24 (dd, 1H), 7.80 (m, 2H), 7.70 (m, 1H), 4.38 (t, 2H), 3.14 (s, 3H), 1.80 (tt, 2H), 1.50-1.21 (m, 10H), 0.84 (t, 3H)

【0047】

10 【発明の効果】本発明によれば、特別な装置を必要とせず、穏和な条件下、簡便な操作により3位にスルホニル基を有する1, 2, 3-ベンゾトリアジン-4 (3H) オン誘導体を収率良く合成することができる。

20

30

40

50